



日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1 9 9 5 年 9 月 2 2 日

出 願 番 号

Application Number:

平成 7 年特許願第 2 4 4 1 1 1 号

出 願 人

Applicant (s):

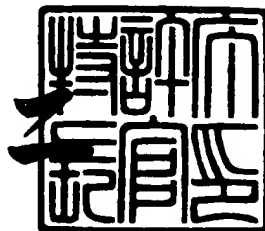
宇部興産株式会社

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

1 9 9 6 年 2 月 9 日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

清川 佑



【書類名】 特許願

【整理番号】 KT-P950912

【提出日】 平成 7年 9月22日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B22D 17/00
B22D 21/04

【発明の名称】 半溶融過共晶 A l - S i 合金の製造方法

【請求項の数】 6

【発明者】
【住所又は居所】 山口県宇部市大字小串字沖の山 1 9 8 0 番地
宇部興産株式会社 宇部機械製作所内

【氏名】 佐藤 智

【発明者】
【住所又は居所】 山口県宇部市大字小串字沖の山 1 9 8 0 番地
宇部興産株式会社 宇部機械製作所内

【氏名】 安達 充

【特許出願人】
【識別番号】 000000206

【氏名又は名称】 宇部興産株式会社

【代表者】 長廣 眞臣

【手数料の表示】
【予納台帳番号】 012254

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】
【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 半溶融過共晶Al-Si合金の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の過共晶Al-Si合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の過共晶Al-Si合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、液中に微細な初晶を該合金液中に晶出させることを特徴とする加圧成形用半溶融過共晶Al-Si合金の製造方法。

【請求項2】 結晶核の生成方法は、液相線温度に対して過熱度を300℃未満に保持された合金溶湯を該合金の融点よりも低い温度の治具に接触させることとする請求項1記載の半溶融過共晶Al-Si合金の製造方法。

【請求項3】 溶湯に接触させる治具は、金属製治具または非金属製治具、あるいは半導体を含む非金属材料を表面に塗布した金属製治具、もしくは半導体を含む非金属材料を複合させた金属製治具とし、かつ、該治具の内部あるいは外部から該治具を冷却させることが出来るようにした請求項2記載の半溶融過共晶Al-Si合金の製造方法。

【請求項4】 結晶核の生成を、治具または断熱容器のいずれか、もしくは両方に接触する過共晶Al-Si合金溶湯に振動を与えることとする請求項1記載または請求項2記載の半溶融過共晶Al-Si合金の製造方法。

【請求項5】 過共晶Al-Si合金を、Pを0.005%～0.03%含む過共晶Al-Si合金とした請求項1記載または請求項2記載の半溶融過共晶Al-Si合金の製造方法。

【請求項6】 過共晶Al-Si合金を、0.005%～0.03%のSrおよび0.001%～0.01%のNaのうち1種あるいは2種を含む過共晶Al-Si合金とした請求項5記載の半溶融過共晶Al-Si合金の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、半溶融過共晶 Al-Si 合金の製造方法に係り、特に、結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の過共晶 Al-Si 合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の過共晶 Al-Si 合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ 5 秒間～60 分間保持することにより、液中に微細な初晶を発生させる加圧成形用半溶融過共晶 Al-Si 合金の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

チクソキャスト法は、従来の鑄造法に比べて鑄造欠陥や偏析が少なく、金属組織が均一で、金型寿命が長いことや成形サイクルが短いなどの利点があり、最近注目されている技術である。この成形法（A）において使用されるビレットは、半溶融温度領域で機械攪拌や電磁攪拌を実施するか、あるいは加工後の再結晶を利用することによって得られた球状化組織を特徴とするものである。

一方、ビレットを半溶融温度領域まで昇温し成形する方法と異なり、球状初晶を含む融液を連続的に生成し、ビレットとして一旦固化することなく、そのままそれを成形するレオキャスト法（B）が知られている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上述した（A）の方法は攪拌法や再結晶を利用する方法のいずれの場合も煩雑であり、製造コストが高くなる難点がある。しかも、半溶融成形するために一旦液相を固化し、そのビレットを再度半溶融温度領域まで昇温する必要がある、従来鑄造法に比べてコスト高になる。また、（B）の方法では、球状の初晶を含む融液を連続的に生成供給するため、コスト的、エネルギー的にもチクソキャストより有利であるが、球状組織と液相とからなる金属原料を製造する機械と最終製品を製造する鑄造機との設備的連動が煩雑であるという難点がある。

本発明は、上述の従来の各方法の問題点に着目し、ビレットを使用することなく、しかも、煩雑な方法をとることなく、簡便容易に、加圧成形するための微細な初晶を有する半溶融過共晶 Al-Si 合金の製造方法を提供することを目的と

するものである。

【0004】

【問題点を解決するための手段】

このような問題点を解決するために、本発明においては、第1の発明では、結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の過共晶Al-Si合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の過共晶Al-Si合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、液中に微細な初晶を該合金液中に晶出させることとした。

また、第2の発明では、第1の発明における結晶核の生成方法を、液相線温度に対して過熱度を300℃未満に保持された合金溶湯を該合金の融点よりも低い温度の治具に接触させることとした。

さらに、第3の発明では、第2の発明の治具を、金属製治具または非金属製治具、あるいは半導体を含む非金属材料を表面に塗布した金属製治具、もしくは半導体を含む非金属材料を複合させた金属製治具とし、かつ、該治具の内部あるいは外部から該治具を冷却させることが出来るようにした。

また、第4の発明では、結晶核の生成を、治具または断熱容器のいずれか、もしくは両方に接触する過共晶Al-Si合金溶湯に振動を与えることとした。

第5の発明では、第1の発明や第2の発明の過共晶Al-Si合金を、Pを0.005%～0.03%添加した過共晶Al-Si合金とした。

また、第6の発明では第5の発明のPに加え、0.005%～0.03%のSr、または0.001%～0.01%のNa、あるいはその2種を同時に添加した過共晶Al-Si合金とした。

【0005】

【発明の実施の形態】

結晶核を有する液相線以上の液体状態の過共晶Al-Si合金や結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の過共晶Al-Si合金を、断熱効果を有する断熱容器の中で成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することによって、液中に微細な粒状の初晶を発生させた半溶融過共晶Al-Si合金が得られる。

この半溶融状態の該合金を成形用金型に供給して加圧成形することにより、均質な組織の優れた成形体を得られる。

【0006】

【実施例】

以下、図面に基づいて本発明の実施例の詳細について説明する。図1～図6は本発明の実施例に係り、図1は過共晶Al-Si合金の半溶融金属の製造から成形までを示す工程説明図、図2は極微細な初晶Siの生成から成形までの工程説明図、図3は図2に示した各工程の金属組織模式図、図4はAl-Si系2元合金平衡状態図、図5は本発明例の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図、図6は比較例の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【0007】

本発明においては、図1、図4に示すように、まず、液相線に対して過熱度を300℃未満に保持した過共晶Al-Si合金の溶湯を、その合金の融点よりも低い温度の治具に接触させて液中に結晶核を発生させ、その断熱容器内において、所定の液相率になるまで冷却しつつ、液相線温度以下でかつ共晶温度以上あるいは共晶温度の状態に5秒間～60分間保持することで微細な初晶を多数発生させる。過共晶Al-Si合金は初晶の晶出量が少ないために、共晶点を越える温度の半溶融状態では液相率が高い。そのため、目標の液相率が低い場合には、合金が共晶温度に達しその一定温度で凝固（共晶反応）が進行している状態で適当な時間保持する必要がある。

所定の液相率とは、加圧成形に適する液相の量比を意味し、ダイカスト casting、スクイズ casting などの高圧 casting では液相率は20%～90%、好ましくは30%～70%（30%未満では素材の成形性が劣り、70%以上では素材が柔らかいためハンドリングが難しいばかりでなく、均一な組織が得難くなる）とし、押出法や鍛造法では0.1%～70%、好ましくは0.1%～50%（50%以上では組織の不均一が生じる惧れがある）とする。

また、本発明でいう断熱容器とは、金属性容器または非金属性容器とするか、あるいは半導体を含む非金属材料を表面に塗布した金属性容器、もしくは半導体を含む非金属材料を複合させた金属性容器とし、かつ、該容器の内部あるいは外

部から該容器の加熱または冷却が可能なものである。

【0008】

具体的には、以下のとおりの手順により作業を進める。図2および図3の工程[1]においてラドル10内に入れられた完全液体である金属Mを工程[2]において、冷却用治具20を用いて溶湯から結晶核を発生させ断熱効果を有するセラミック製容器30（セラミックコーティング容器30A）に注ぐ方法により多数の結晶核を含む液相線直下の合金を得る。つぎに工程[3]において、該断熱容器30（または30A）において該合金を半熔融状態で保持する。この間、導入された結晶核から極微細な初晶Siが生成し（[3]-a）、固相率の増加につれて初晶Siが周囲に初晶αを伴って粒状に成長する。このようにして得られた所定の液相率を有する金属Mを例えば[3]-bのようにダイキャストの射出スリーブ40に挿入した後ダイカストマシンの金型キャビティ50a内で加圧成形して成形品を得る。

【0009】

図1、図2、図3に示す本発明と従来のチクソキャスト法、レオキャスト法、の違いは図より明らかである。すなわち、本発明では従来法のように、半熔融温度領域で晶出した初晶を機械攪拌や電磁攪拌で強制的に破碎微細化することではなく、液中に導入された結晶核を起点として半熔融温度領域での温度低下および共晶温度での保持時間とともに晶出、成長する多数の初晶が合金自身が持っている熱量により（必要に応じて外部から加熱保持されることも有り得る）連続的に粒状化されるものであり、また、チクソキャスト法におけるビレットの再昇温による半熔融化の工程が省かれているため極めて簡便な方法である。

上述した各工程、すなわち図1に示す冷却用治具20への注湯工程、初晶の生成、粒状化工程のそれぞれにおいて設定された鑄造条件、粒状化条件および第2の発明、第5の発明、第6の発明で示した数値限定理由について以下に説明する。

【0010】

鑄造温度が融点に対して300℃以上高ければ、あるいは治具20の表面温度が融点以上の場合では、

(1) 結晶の核発生が少なく、しかも、

(2) 断熱効果を有する断熱容器に注がれた時の溶湯Mの温度が液相線よりも高いために残存する結晶核の割合も低く、初晶のサイズが大きくなる。

このため、鑄造温度は液相線に対する過熱度が300℃未満とし、治具の表面温度は、合金の融点よりも低くする。なお、液相線に対する過熱度を100℃未満とすることにより、また、治具20の温度を合金Mの融点よりも50℃以上低くすることにより、より微細な初晶サイズとすることができる。なお、初晶Siの微細化剤としてPを含む場合、溶湯の温度が低すぎると微細化剤として寄与するAlPが凝集してその効果が失われるため、液相線に対する過熱度は30℃以上とする。

【0011】

治具20に溶湯Mを接触させる方法としては、治具の表面を溶湯Mを移動させる場合（傾斜した治具20へ溶湯を流す）と溶湯中を治具20が移動する場合の2種類がある。なお、ここで言う治具とは、溶湯が流下する際に冷却作用を溶湯に与えるものを言うが、これに代えて、例えば、給湯機の筒状パイプを使用してもよい。液相線直下に低下した溶湯を保持する断熱容器30は、発生した初晶を粒状にし所定時間後に希望する液相率にするために、断熱効果を有するものとする。その材質は限定されるものでなく、保温性を有し、しかも、溶湯との濡れ性が悪いものが好ましい。また、通気性のあるセラミック容器を断熱容器30として使用する場合には、半溶融合金の酸化を防止するために、容器外部を所定の雰囲気（不活性雰囲気、減圧雰囲気など）にすることができる。なお、断熱容器30の形状は筒状に限定されるものではなく、その後の成形法に適した形状が可能である。また、断熱容器でなくセラミック製の射出スリーブへ直接投入するようにしてもよい。その断熱容器30での保持時間が5秒未満であれば、希望する液相率を示す温度にすることが容易ではなく、また粒状の初晶を生成することが困難である。一方、保持時間が60分を越えると生成した粒状初晶や共晶組織が粗くなり機械的性質が低下する。このため保持時間は5秒～60分とする。なお、高圧鑄造では成形直前の液相率が20%未満であれば成形時の変形抵抗が高く良好な品質の成形品を得ることが容易でない。また、90%を越えると均一な組織

を有する成形品を得ることができない。このため、前述したとおり成形時の液相率は20%~90%とすることが好ましい。さらに、実質の液相率を30%~70%にすることにより、さらに均質でかつ高品質の成形材を容易に加圧成形できる。

【0012】

加圧成形する手段としては、スクイズ鑄造法やダイキャスト鑄造法に代表される高圧鑄造法に限定されるものではなく、押出法、鍛造法などの加圧成形する種々の方法が含まれる。

【0013】

溶湯Mを接触させる治具20は、溶湯の温度を低下させることが出来るものであればその材質を限定するものではないが、特に熱伝導率の高い銅、銅合金、アルミニウム、アルミニウム合金などの金属で、しかも一定の温度以下に維持できるように冷却管理された治具20は結晶核を多く生成するので好ましい。なお、溶湯Mが治具20に接触した時に固体状に金属が治具20に付着するのを防ぐために非金属材料を塗布するのは効果的である。塗布する方法としては、機械的、化学的、あるいは物理的方法のいずれでも構わない。

【0014】

治具20に溶湯Mを接触させることにより結晶核を多数含む液相線以下の半溶融合金を得ることは可能であるが、さらに多数の結晶核を発生させ均一で微細な組織を得るために、Pを添加する。また、所定の液相率における残液が凝固後に形成する共晶組織を微細にし良好な機械的性質を得るために、SrあるいはNaもしくはその2種を添加する。Pは、0.005%未満であれば初晶Siの微細化効果は小さく、0.03%を越えて添加してもそれ以上の効果を期待できないので、Pは0.005%~0.03%とする。Srは、0.005%未満であれば共晶Siの微細化効果は小さく、0.03%を越えて添加するとAl-Si-Sr化合物を晶出し機械的性質を劣化させるので、Srは0.005%~0.03%とする。Naは0.001%未満であれば共晶Siの微細化効果は小さく、0.01%を越えて添加すると共晶Siが粗大化するため、Naは0.001%~0.01%とする。

表1に半溶融金属の製造条件および組織観察による評価の結果を示す。

【0015】

【表1】

	No.	合金組成				鑄造 温度 (℃)	冷却 治具 有無	冷却 治具 温度 (℃)	容器内 メタル 温度 (℃)	保持 時間 (分)	内部 偏析	平 均 初 晶 サイズ (μm)	備 考
		S i (%)	添加剤有無										
			P	Sr	Na								
本 発 明 例	1	20	無	無	無	750	有	35	678	7	○	140	
	2	20	有	無	無	750	有	35	680	7	○	40	
	3	20	有	有	無	750	有	50	683	7	○	55	
	4	20	有	無	有	750	有	40	678	7	○	60	
	5	20	有	有	無	730	有	35	685	10	○	40	振動(100Hz, 振幅0.1mm)
	6	20	有	有	無	850	有	30	682	7	○	60	水冷冷却治具使用
比 較 例	7	20	有	有	無	750	有	650	715	16	×	250	治具の温度が高い
	8	15	有	無	無	950	有	35	730	19	×	200	鑄造温度が高い
	9	20	有	無	有	750	有	40	678	70	○	400	保持時間が長い, 液相率低い
	10	20	有	無	有	750	有	40	681	0.03	×	60	保持時間が短い, 液相率高い
	11	20	有	有	無	750	無	--	710	--	×	210	通常の重力鑄造法

偏析: ○少ない, ×多い

Al-20%Si 融点 692°C
Al-15%Si 融点 620°C

【0016】

比較例 7 では、溶湯 M を接触させる治具 20 の温度が高すぎるために結晶核の発生が少なく、このために微細な初晶が得られず、粗大な初晶となる。比較例 8 では、鑄造温度が高すぎるために、セラミック製容器 30 内において残存する結晶核がほとんどなく、比較例 7 と同様な現象を示す。比較例 9 では、保持時間が長いために液相率が少なく成形には適さない。また、初晶サイズも大きい。比較例 10 では、セラミック容器 30 内での保持時間が短くしかも液相率が高いために、成分偏析が多く発生する。比較例 11 は、断熱容器中で凝固させたものであり、図 6 に示すように角棒状の粗大な初晶が多く見られる。

【0017】

一方、本発明例 1 ～ 6 では、図 5 に示すような、加圧成形に適する約 $150\mu\text{m}$ 以下の微細な粒状の初晶を有する均質な組織が得られる。

【0018】

【発明の効果】

以上説明したことからも明らかなように、本発明に係る半溶融過共晶 Al-Si 合金の製造方法では、

(1) 結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ 5 秒間～60 分間保持することにより、あるいは、

(2) 液相線温度に対して過熱度を 300°C 未満に保持された合金溶湯を該合金の融点よりも低い温度の治具に接触させることにより結晶核を発生させて、微細かつ粒状化した初晶を該合金の液中に発生させ、所定の液相率まで保持する。その後半溶融状態の該合金を成形用金型に供給して加圧成形することにより、

従来の機械攪拌法、電磁攪拌法によらず、簡便容易に、かつ、低コストで微細かつ粒状の組織を有する成形体が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の実施例に係る過共晶 Al-Si 合金の半溶融金属の成形方法を示す工程説明図である。

【図 2】

本発明の実施例に係る粒状初晶の生成から成形までの工程説明図である。

【図 3】

図 2 に示した各工程の金属組織模式図である。

【図 4】

本発明の実施例に係る Al-Si 2 元系平衡状態図である。

【図 5】

本発明例の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【図 6】

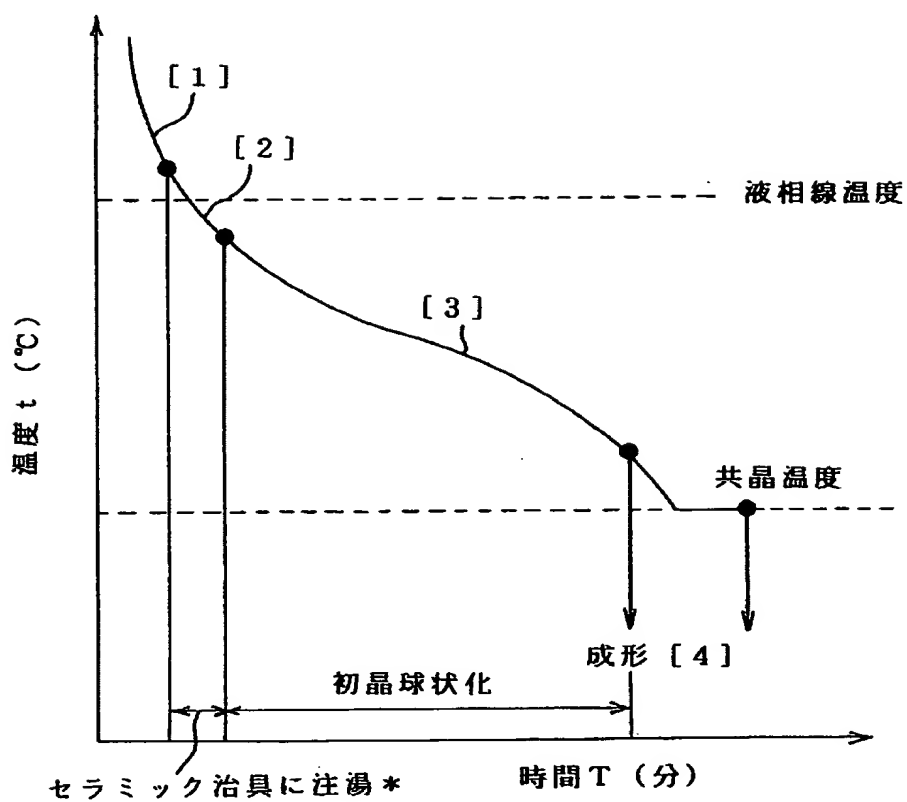
比較例の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【符号の説明】

- 10 ラドル
- 20 治具
- 30 断熱容器（セラミック製容器）
- 30A セラミックコーティング金属容器
- 40 射出スリーブ
- 50 金型
- 50a 金型キャビティ
- M 金属（溶湯）
- t 温度
- T 時間

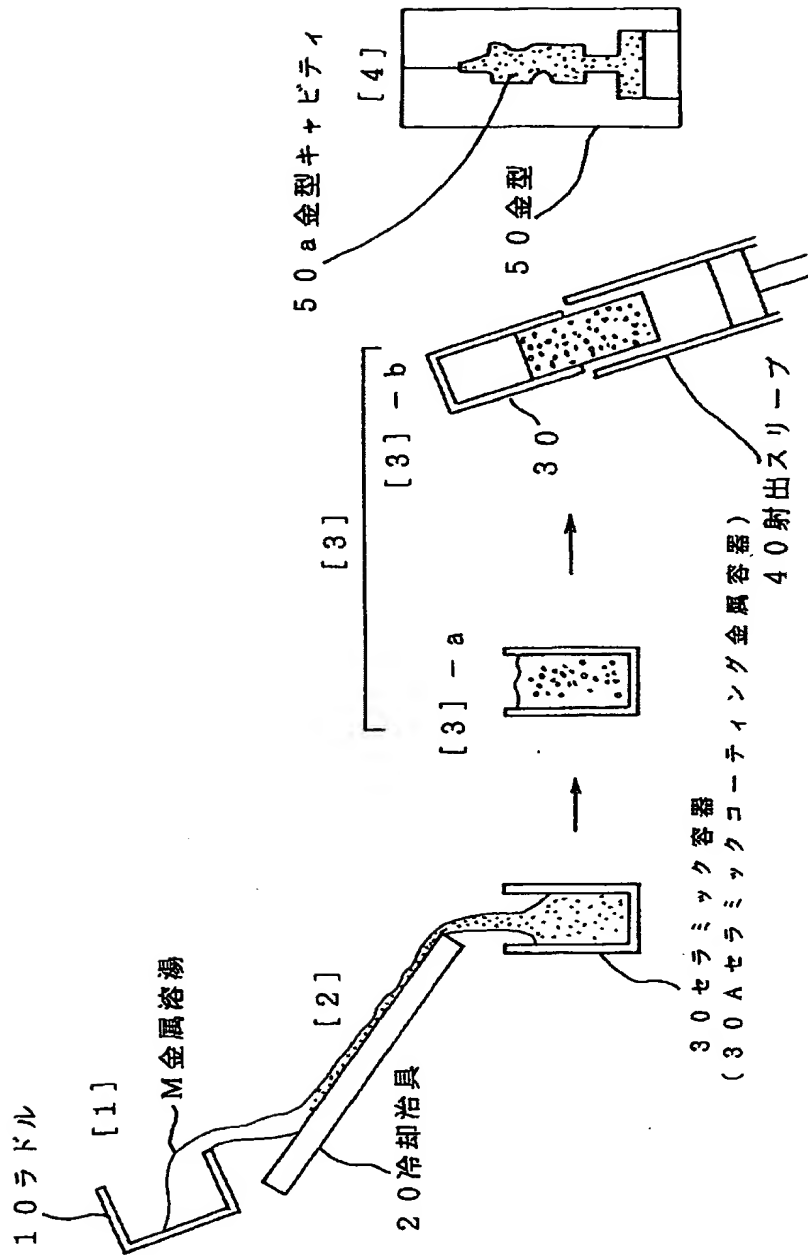
【書類名】 図面

【図1】

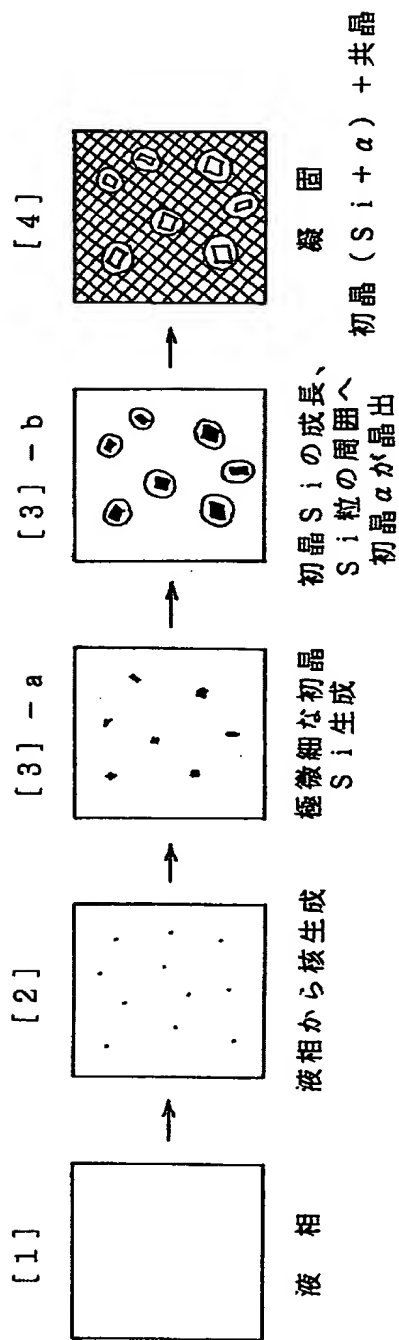


*冷却治具を使用する場合
と使用しない場合がある

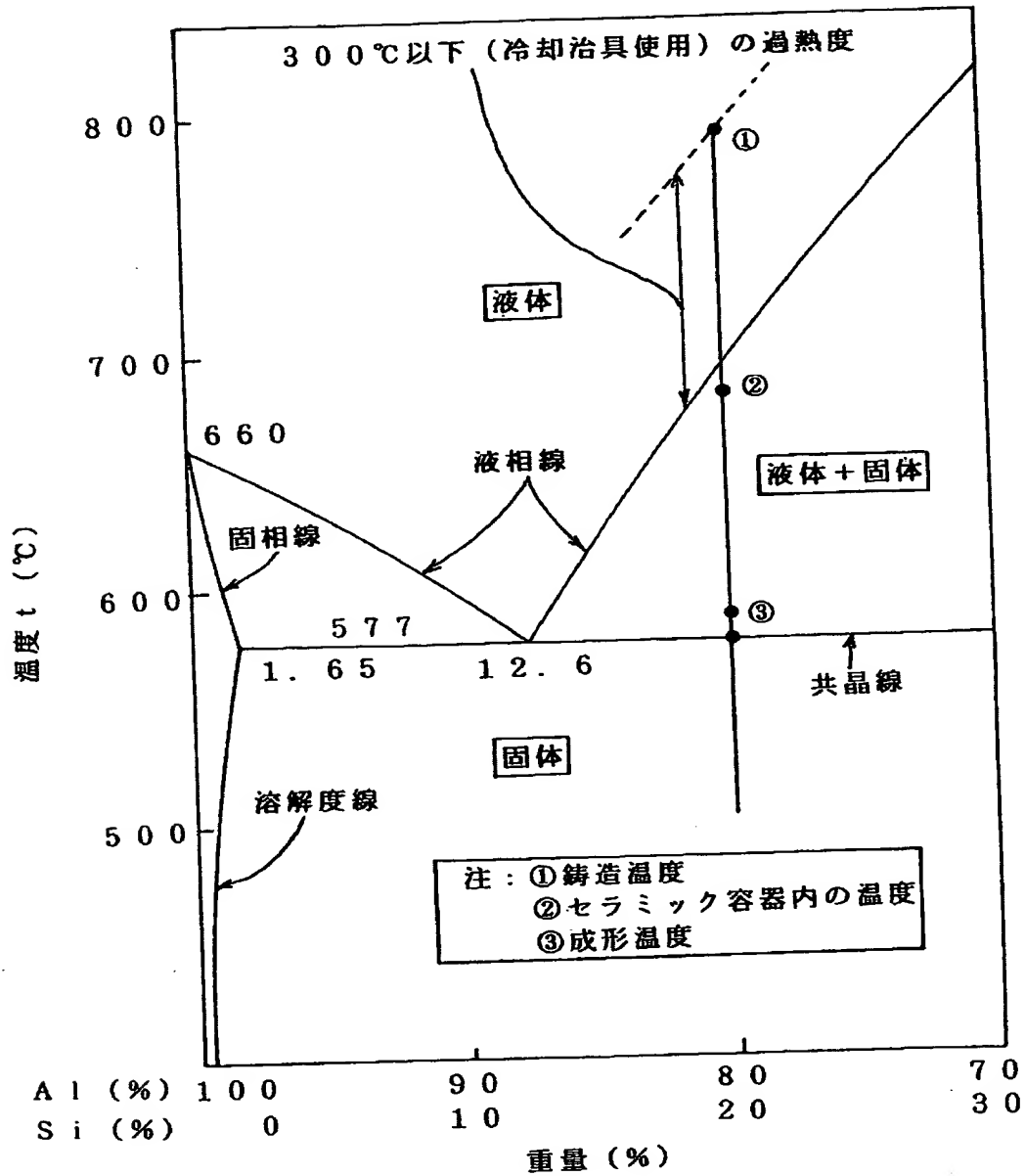
【図2】



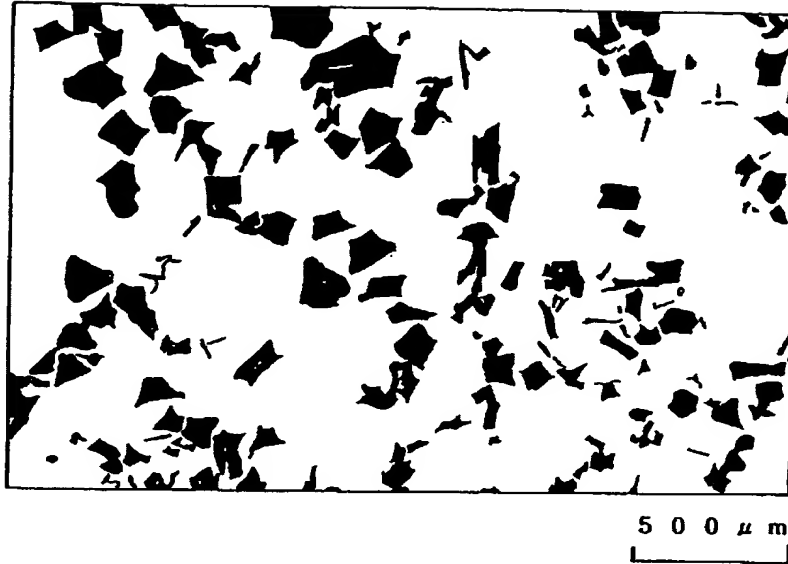
【図3】



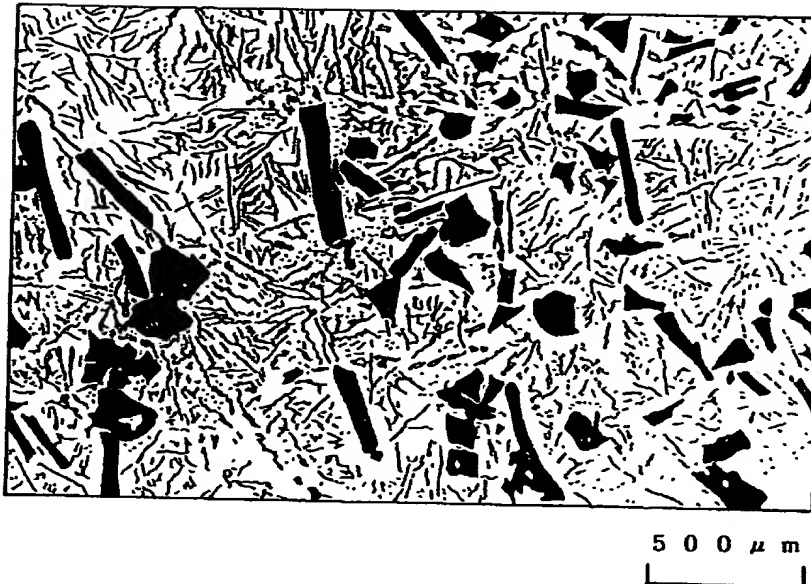
【図4】



【图5】



【图6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 従来の機械攪拌法や電磁攪拌法によらず、簡便容易に、かつ、低コストで微細かつ球状のチクソ組織を有する成形体を得られる半溶融過共晶Al-Si合金の製造方法を提案するものである。

【解決手段】 結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の過共晶Al-Si合金、または、結晶核を有する成形温度以上の固液共存状態の過共晶Al-Si合金を、断熱効果を有する断熱容器の中において、所定の液相率を示す成形温度まで冷却しつつ5秒間～60分間保持することにより、液中に微細な初晶を該合金液中に晶出させるものである。

【選択図】 図3

【書類名】 職権訂正データ
【訂正書類】 特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】 申請人
【識別番号】 000000206
【住所又は居所】 山口県宇部市西本町1丁目12番32号
【氏名又は名称】 宇部興産株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000206]

1. 変更年月日	1990年 8月28日
[変更理由]	新規登録
住 所	山口県宇部市西本町1丁目12番32号
氏 名	宇部興産株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.